

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2000-306228

(43)Date of publication of application : 02.11.2000

(51)Int.Cl.

G11B 5/66

(21)Application number : 11-110363

(71)Applicant : UNIV TOHOKU

(22)Date of filing : 19.04.1999

(72)Inventor : SHIMADA HIROSHI
KITAGAMI OSAMU
OKAMOTO SATOSHI

(54) MAGNETIC RECORDING MEDIUM AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a granular type magnetic recording medium capable of controlling thermal agitation of a recording state in a so-called granular type magnetic recording medium comprising magnetic grains deposited and magnetically separated in a non magnetic matrix and of high density recording. SOLUTION: This magnetic recording medium is a granular type magnetic recording medium comprising magnetic grains consisting of at least one kind of element selected from iron(Fe), cobalt(Co) and nickel(Ni) and at least one kind of element selected from rare earth elements, the magnetic grains being deposited into a matrix consisting of at least one non magnetic substance selected from rare earth oxides, rare earth nitrides and rare earth carbides.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

19.04.1999

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3141109

[Date of registration]

22.12.2000

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

BEST AVAILABLE COPY

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2000-306228
(P2000-306228A)

(43)公開日 平成12年11月2日(2000.11.2)

(51)Int.Cl.	識別記号	F I	テーム(参考)
G 1 1 B 5/66		G 1 1 B 5/66	5 D 0 0 6

審査請求 有 請求項の数10 O L (全 11 頁)

(21)出願番号 特願平11-110363

(22)出願日 平成11年4月19日(1999.4.19)

(71)出願人 391012394

東北大学長

宮城県仙台市青葉区片平2丁目1番1号

(72)発明者 島田 寛

宮城県仙台市青葉区桜ヶ丘7丁目37番10号

(72)発明者 北上 修

宮城県仙台市泉区館1丁目6番16号

(72)発明者 岡本 聡

宮城県仙台市太白区八本松1丁目13番11号
711

(74)代理人 100059258

弁理士 杉村 暁秀 (外2名)

Fターム(参考) 5D006 BB01 BB06 BB07 DA03 EA03
FA09

(54)【発明の名称】 磁気記録媒体及び磁気記録媒体の製造方法

(57)【要約】

【課題】 非磁性マトリックス中に磁性微粒子が析出して磁氣的に分離されてなる、いわゆるグラニューラー型の磁気記録媒体における記録状態の熱擾乱を抑制し、高密度記録が可能なグラニューラー型の磁気記録媒体を提供する。

【解決手段】 希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる少なくとも1種の非磁性物質からなるマトリックス中に、鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とからなる磁性微粒子が析出してなる、グラニューラー型の磁気記録媒体。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性物質からなるマトリックス中に、磁性微粒子が析出してなるグラニュー型磁気記録媒体であって、前記磁性微粒子は鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる少なくとも1種の元素と、4d遷移元素、5d遷移元素、及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とからなることを特徴とする、磁気記録媒体。

【請求項2】 前記4d遷移元素は、モリブデン(Mo)、ルテニウム(Ru)、ロジウム(Rh)、又はパラジウム(Pd)であることを特徴とする、請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 前記5d遷移元素は、タングステン(W)、オスmium(Os)、イリジウム(Ir)、又は白金(Pt)であることを特徴とする、請求項1又は2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 前記非磁性物質は、酸化物、窒化物、及び炭化物から選ばれる少なくとも1種であることを特徴とする、請求項1～3のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 前記非磁性物質は、希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる少なくとも1種であって、前記磁性微粒子は鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とからなることを特徴とする、請求項1～4のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項6】 前記希土類元素は、セリウム(Ce)、プラセオジウム(Pr)、ネオジウム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、ユウロピウム(Eu)、ガドリニウム(Gd)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)、又はツリウム(Tm)であることを特徴とする、請求項1～5のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 前記磁性微粒子における4d遷移元素、5d遷移元素、及び希土類元素から選ばれる前記少なくとも1種の元素の含有量が5～75原子%であることを特徴とする、請求項1～6のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項8】 磁気記録媒体中における前記非磁性物質の含有量が5体積%以上であることを特徴とする、請求項1～7のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項9】 磁気記録媒体中における前記非磁性物質の含有量が40～70体積%であることを特徴とする、請求項8に記載の磁気記録媒体。

【請求項10】 室温における保磁力(Hc)が800エルステッド(Oe)以上であることを特徴とする、請求項1～9のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項11】 前記磁性微粒子の平均粒径が20nm

以下であることを特徴とする、請求項1～10のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項12】 非磁性物質と、鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる少なくとも1種の元素と、4d遷移元素、5d遷移元素、及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とを含有してなる蒸発源から、物理蒸着法によって、基板上に前記非磁性物質を構成する元素と、鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる前記少なくとも1種の元素と、4d遷移元素、5d遷移元素、及び希土類元素から選ばれる前記少なくとも1種の元素とがランダムに配列してなる薄膜を形成した後、この薄膜を 10^{-2} torr以上の真空度において、400℃以上で熱処理を行い、前記非磁性物質からなるマトリックス中に、鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる前記少なくとも1種の元素と、4d遷移元素、5d遷移元素、及び希土類元素から選ばれる前記少なくとも1種の元素とからなる磁性微粒子を析出させることを特徴とする、グラニュー型磁気記録媒体の製造方法。

【請求項13】 前記蒸発源はターゲットであり、前記物理蒸着法はスパッタリング法であることを特徴とする、請求項12に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項14】 前記非磁性物質は、希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる少なくとも1種であって、前記ターゲットは、前記非磁性物質を構成する希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる前記少なくとも1種からなるチップを、鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる前記少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる前記少なくとも1種の元素とからなる合金ターゲット上に載置してなる複合ターゲットであることを特徴とする、請求項13に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気記録媒体及び磁気記録媒体の製造方法に関し、さらに詳しくはハードディスクなどの高記録密度媒体などに好適に使用することのできる、磁気記録媒体及び磁気記録媒体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】情報社会の発展に伴い、高密度記録技術の開発が切望されている。特に、ビット単価が安く、不揮発かつ大容量記録の可能な磁気記録においては、高密度記録の可能な磁気記録媒体の開発が強く要求され、種々の研究開発によりここ数年で著しい高密度化が実現された。しかし、将来的に更なる進化が期待される情報化社会において、例えば十年、二十年先の市場要求に対応できる技術的見通しは殆ど得られていない。この技術的

行き詰まりの最も大きな原因の一つに、現行磁気記録媒体が抱える以下のような原理的問題がある。

【0003】現行の磁気記録媒体用薄膜は、CoCrを主体とする合金薄膜であるが、この薄膜においては磁性を担う微小領域の磁気的分離が不十分なため、磁気的に結合した比較的に大きな磁気集団（クラスター）が形成される。そのサイズはサブミクロンからミクロンオーダーにも達する。現行の磁気記録技術における最小ビットサイズがサブミクロンオーダーであり、上記磁気クラスターサイズと同程度であることを考えると、記録分解能という点では既に限界に近づいているといえることができる。現行技術のこのような限界を打破するには、記録媒体内の磁性粒子を効率よく磁気絶縁し、磁気クラスターの極小化を図る必要がある。

【0004】この問題に対する一つのブレイクスルーとして、グラニュー型磁気記録媒体が提案された。グラニュー媒体は、酸化物等の非磁性マトリックス中に磁性微粒子を析出させた構造を有し、磁性粒子間が非磁性物質の介在によりほぼ完全に磁気的に絶縁されている。したがって、個々の粒子（10～30nm程度）が最小の磁化単位となり、少なくともこの程度のサイズまで微小な高密度記録が可能となる。実際、最近の研究によれば、SiO₂非磁性マトリックス中に磁性粒子を分散析出させたグラニュー媒体において、高密度記録が可能になると、そして粗大クラスター形成の回避によるノイズの顕著な低減効果が確認されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】以上のように、グラニュー型磁気記録媒体は次世代高密度記録媒体として大変有望な候補であるが、その反面、記録状態の熱擾乱という一層深刻な問題を抱えている。一般に磁性体は、結晶格子の空間的対称性を反映した結晶磁気異方性を示す。例えば、六方最密構造を有するコバルトでは、結晶主軸（c軸）方向にスピンの向きが向いた場合がもっとも磁気的エネルギーが低く、その方向からずれるとエネルギーが高くなり、直交方向では最大となる。つまり、外場による強制がなければ、常にスピンはc軸方向の二方向のいずれかを向くことになる。このスピンの向きの二値情報を活用したものが、磁気記録の基本である。

【0006】一個の磁性粒子に着目した場合、その磁気異方性エネルギーは、物質そのものにより決まる磁気異方性定数に粒子体積を乗じたものが、全エネルギーとなる。このエネルギーが安定方向へのスピン拘束度を支配し、記録状態の保存につながるわけである。もし、磁性粒子の体積が極端に小さくなり、磁気異方性エネルギーが熱エネルギーと同程度になった場合を考えると、熱擾乱によりスピンの向き（つまり記録状態）は常に揺らいだものとなり、もはや記録状態を安定に維持できなくなる。上記グラニュー媒体は、極微小な粒子が非磁性物によりほぼ完全に孤立化されてるため、この熱擾乱が極

めて深刻な問題となる。このために、グラニュー媒体では、記録情報の長期保存が困難となり、その実用化は困難視されていた。

【0007】本発明は、非磁性マトリックス中に磁性微粒子が析出して磁気的に分離されてなる、いわゆるグラニュー型磁気記録媒体における記録状態の熱擾乱を抑制し、高密度記録が可能なグラニュー型磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【0008】

10 【課題を解決するための手段】本発明は、非磁性の物質からなるマトリックス中に、磁性微粒子が析出してなるグラニュー型磁気記録媒体であって、前記磁性微粒子は鉄（Fe）、コバルト（Co）、及びニッケル（Ni）から選ばれる少なくとも1種の元素と、4d遷移元素、5d遷移元素、及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とからなることを特徴とする、磁気記録媒体である。

20 【0009】本発明者らは、グラニュー型磁気記録媒体の熱擾乱を抑制して、この媒体が潜在的に有している高密度記録を達成すべく鋭意検討した。そして、広範な材料探索の過程において、磁性微粒子の主成分であるFe、Co、Niに対し、4d遷移元素、5d遷移元素、又は希土類元素を所定量添加することによって、驚くべきことに磁性微粒子の熱擾乱が著しく低減されることを見いだした。本発明は広範な研究過程において発見された上記事実に基づいてなされたものである。

30 【0010】本発明によれば、非磁性物質からなるマトリックス中における磁性微粒子の粒子サイズを、例えば前記したような10～30nm程度以下に微細化した場合においても、以下の実施例において示すように十分大きな磁気異方性を有するため、磁性微粒子の熱擾乱による影響は極めて少ない。したがって、安定した高密度記録が可能となり、信頼性に富むいわゆるグラニュー型の磁気記録媒体の提供が可能となる。

40 【0011】すなわち、本発明の磁性微粒子を構成する4d遷移元素、5d遷移元素、及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素は、3d遷移元素に比べ非常に大きいスピンと軌道の相互作用を有し、同時にこれらの元素の電子状態は主たる3d遷移元素のそれと強く混成する。即ち、磁気モーメントを主として発現する3d元素のスピンは、上記元素との強い混成、そしてスピン-軌道相互作用を介して結晶格子状態（原子配列）を強く感じるようになる。特に磁性体表面に於ては、電子配列の空間的対称性が破れるために、その効果は著しい。その結果、粒子表面には強い表面磁気異方性が現れる。以上述べたように、本発明の微粒子では3d系が磁気モーメントを主に担い、4d、5d、希土類系がその強いスピン-軌道相互作用により、全体の表面磁気異方性を強調しているものと思われる。このような磁性微粒子全体の表面磁気異方性の増加により保磁力が増大し、

更に、熱擾乱を生じさせることなく高密度記録が可能となったものと考えられる。

【0012】

【発明の実施の形態】以下、本発明を発明の実施の形態に則して詳細に説明する。本発明のグラニュー型磁気記録媒体における磁性微粒子は、Fe、Co、及びNiから選ばれる少なくとも1種の元素と、4d遷移元素、5d遷移元素、及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とからなることが必要である。

【0013】特に、前記磁性微粒子は、Fe、Co、及びNiから選ばれる少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とからなることが好ましい。これによって、本発明の磁気記録媒体における磁性微粒子の大きさをnmオーダにまで小さくしたような場合においても、磁性微粒子の熱擾乱を効果的に抑制することができる。希土類元素は、その強いスピン軌道相互作用により、前記磁性微粒子の表面磁気異方性を極めて大きくするためと考えられる。

【0014】上記のように、磁性微粒子をFeなどと希土類元素とから構成する場合、以下に示すように、非磁性物質は希土類金属の酸化物（以下、希土類酸化物という）、希土類金属の窒化物（以下、希土類窒化物という）、及び希土類の炭化物（以下、希土類炭化物という）から選ばれる少なくとも1種から構成することが好ましい。希土類元素は極めて反応性に富むため、非磁性物質を他の材料、例えば二酸化珪素（SiO₂）や、アルミナ（Al₂O₃）などから構成すると、この酸素が解離して磁性微粒子中の希土類元素と結合して酸化してしまう。この結果、上記のような希土類元素を添加した効果を十分に得ることができなくなってしまうからである。

【0015】4d遷移元素としては、イットリウム（Y）、ジルコニウム（Zr）、ニオブ（Nb）、モリブデン（Mo）、テクネチウム（Tc）、ルテニウム（Ru）、及びロジウム（Rh）、パラジウム（Pd）などを例示することができる。本発明の磁性微粒子の表面磁気異方性をより向上させ、熱擾乱を防止してより高密度な記録を可能とするためには、特にMo、Ru、Rh、又はPdを用いることが好ましい。

【0016】また、5d遷移元素としては、ルテチウム（Lu）、ハフニウム（Hf）、タンタル（Ta）、タングステン（W）、レニウム（Re）、オスミウム（Os）、イリジウム（Ir）、及び白金（Pt）などを例示することができる。これらの中でも、前記同様に磁性微粒子の熱擾乱を防止してより高密度な記録を可能とするためには、特に、W、Os、Ir、又はPtを用いることが好ましい。

【0017】さらに、希土類元素としては、ランタノイド系列であるランタン（La）、セリウム（Ce）、プラセオジウム（Pr）、ネオジウム（Nd）、プロメチウム

（Pm）、サマリウム（Sm）、ユウロビウム（Eu）、ガドリニウム（Gd）、テルビウム（Tb）、ジスプロシウム（Dy）、ホルミウム（Ho）、エルビウム（Er）、ツリウム（Tm）、イッテルビウム（Yb）及びルテチウム（Lu）の他、周期律表第3A族であるスカンジウム（Sc）及びイットリウム（Y）などを例示することができる。前記同様に磁性微粒子の表面磁気異方性を向上させて、熱擾乱を抑制し、さらなる高密度記録を達成するためには、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、及びTmを使用することが好ましい。

【0018】本発明の磁気記録媒体における、上記4d遷移元素などの含有量は、本発明の目的を達成することができれば特に限定されるものではない。しかしながら、前記磁性微粒子中における前記4d遷移元素、前記5d遷移元素、及び前記希土類元素の含有量の下限は5原子%であることが好ましく、さらには10原子%であることが好ましい。前記4d遷移元素などの含有量の下限を上記のように設定することによって、本発明の磁気記録媒体を構成する磁性微粒子の表面磁気異方性をより効果的に向上させ、常温、すなわち室温における保磁力を十分に大きくすることができる。この結果、磁性微粒子の熱擾乱の影響をほとんど無視することができるため、磁性微粒子の大きさをnmオーダの大きさにまで小さくした場合においても、安定した記録が可能となる。

【0019】また、磁性微粒子中における、前記4d遷移元素、前記5d遷移元素、及び前記希土類元素の含有量の上限は75原子%であることが好ましく、さらには55原子%であることが好ましい。4d遷移元素などの含有量が上記値を超えてしまうと、磁性微粒子中に占めるFe、Co、及びNiの含有量が相対的に減少してしまう結果、磁性微粒子自体の磁化が減少してしまう。この結果、磁気記録媒体に実際に書き込みを行った場合において、信号強度が減少してしまう場合がある。

【0020】本発明の磁気記録媒体中における非磁性物質の含有量についても、本発明の目的を達成することができれば特に限定されるものではない。しかしながら、非磁性の物質の磁気記録媒体中における含有量の下限は、5体積%であることが好ましく、さらには40体積%であることが好ましく、特に50体積%であることが好ましい。これによって、磁性微粒子の磁気的分離を極めて完全に行うことができ、本発明の磁気記録媒体をグラニュー型のもので行うことができる。また、非磁性物質の磁気記録媒体中における含有量の上限は、80体積%であることが好ましく、さらには70体積%であることが好ましい。非磁性物質の含有量が上記値を超えると、磁気記録媒体中に占める磁性微粒子の含有量が減少してしまうため、グラニュー型磁気記録媒体に特有の高密度記録を行うことができなくなってしまう。

【0021】本発明の磁気記録媒体において、非磁性物

10

20

30

40

50

質として使用することのできる材料は特に限定されない。しかしながら、各種金属の酸化物、窒化物、及び炭化物を用いることが好ましい。これによって、磁性微粒子の磁気的分離を効率良く行なうことができる。また、前記したように磁性微粒子をFeなどと希土類元素とから構成する場合、非磁性物質は希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる少なくとも1種であることが好ましい。これによって、磁性微粒子中における希土類元素の効果を十分に得ることができる。

【0022】本発明の磁気記録媒体は、上述したように室温において十分大きな保磁力を有し、これによって熱擾乱を抑制することができる。熱擾乱を防止することができるれば、前記保磁力の大きさは特に限定されない。しかしながら、前記保持力の大きさが、800エルステッド(Oe)以上であることが好ましく、さらには1500エルステッド以上であることが好ましい。これによって、磁性微粒子の大きさをnmオーダーにまで小さくした場合においても、熱擾乱を効果的に抑制することができる、安定した記録再生が可能となる。前記保磁力の値は、磁気記録媒体における磁性微粒子の粒子サイズ、及び磁性微粒子中における4d遷移元素などの含有量、さらには磁気記録媒体を作製する際の諸条件を適宜に設定することによって達成することができる。例えば、以下の実施例において示すように、Coと10原子%のW、あるいはPtとから磁性微粒子を構成し、この磁性微粒子の大きさを10~20nmに形成することによって、室温における保磁力を800エルステッド以上にすることができる。

【0023】本発明によれば、グラニュー型磁気記録媒体における熱擾乱を効果的に抑制することができるので、磁性微粒子を20nm以下、さらには15nm以下、特に10nm以下にまで微細化して書き込むことができる。したがって、従来は困難とされていた高密度記録が可能となる。磁性微粒子の大きさの制御は、磁気記録媒体を作製する際における基板温度や、成膜速度、あるいは熱処理温度及びその時間を、適宜に設定することによって行うことができる。また、磁性微粒子を構成するFeなどの含有量を非磁性物質に対して適宜に設定したりすることによっても行うことができる。一般に、磁性微粒子の大きさを小さくするためには、磁性金属元素の含有率を低くしたり、基板温度あるいは熱処理温度を低くしたりする。

【0024】本発明の磁気記録媒体の製造方法は特に限定されるものではなく、あらゆる手法を用いて形成することができる。しかしながら、膜厚制御の容易性や組成の均一性、さらには作製時間を短くすることができるという観点から、真空蒸着法、イオンプレーティング法、及びスパッタリング法などの物理蒸着法によって、基板上に厚さ2~100nmの薄膜状に形成することが好ましい。この場合においては、非磁性物質と、Fe、C

o、及びNiから選ばれる少なくとも1種の元素と、4d遷移元素、5d遷移元素、及び希土類元素から選ばれる少なくとも1種とを含有してなる蒸発源を用いる。

【0025】スパッタリング法は組成制御性や膜全体における特性が均一となるという観点から、本発明の磁気記録媒体を作製するに当たって、特に好ましく用いることができる。したがって、この場合、蒸発源としてターゲットを用いる。ターゲットとしては、Fe又はCoなどの金属ターゲット上に、非磁性物質からなるチップ、並びに4d遷移元素などからなるチップを所定量載置した複合ターゲットや、あらかじめFeや4d遷移元素などが所定量に配合された合金ターゲット上に、非磁性物質からなるチップを載置してなる複合ターゲットを用いることができる。特に、磁性微粒子をFeなどと希土類元素とから構成し、非磁性物質を希土類酸化物、希土類窒化物、又は希土類炭化物から構成する場合は、Feなどと希土類元素などが所定量に配合された合金ターゲット上に、希土類酸化物などのチップを載置し、複合ターゲットとして使用する。

【0026】そして、上記物理蒸着法によって前記元素をランダムに含有してなる薄膜を形成した後、この薄膜を好ましくは 10^{-2} torr、さらに好ましくは 10^{-4} torr以上の真空度において、好ましくは400℃以上、さらに好ましくは500℃以上で熱処理を行う。これによって、前記非磁性物質からなるマトリックス中にFeなどと4d遷移元素などからなる磁性微粒子が析出した、グラニュー型の磁気記録媒体を作製することができる。熱処理時間は、熱処理温度及び得ようとする磁性微粒子の大きさに依存するが、一般には5~60分

【0027】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて詳細に説明する。

実施例1~5

(磁気記録媒体の作製) 直径100mmのCoターゲット上にSiO₂チップ(直径10mm)を40個載置した。さらに5d遷移元素であるW、Re、Os、Ir、及びPtのチップ(5mm角)を前記Coターゲット上に所定量配置して、磁性微粒子中のWなどの含有量がX線光電子分光法による分析の結果、 10 ± 2 原子%となるようにした。また、基板には熱酸化Si(100)ウェハを用いた。このような複合ターゲットに対して高周波マグネトロンスパッタリングを行ない、前記基板上に厚さ 20 ± 3 nmの薄膜を形成した。スパッタはアルゴンガスを用いて行い、圧力は4mTorrに設定した。次いで、このようにして得た薄膜に対して、 1×10^{-6} torr以下の圧力の真空中において熱処理を実施し、磁気記録媒体を作製した。なお、熱処理温度は600℃とし、処理時間は30分とした。

【0028】(磁気記録媒体の特性評価) 得られた磁気

記録媒体をX線光電子分光法によって分析したところ、 SiO_2 からなるマトリックス中に、Coと前記W、Re、Os、Ir、又はPtとからなる磁性微粒子が析出し、グラニューラー型の磁気記録媒体が作製されていることが判明した。同じく、磁気記録媒体における二酸化珪素の含有量をX線光電子分光法によって調べたところ、65体積%であった。さらに、各磁気記録媒体の室温における保磁力を試料振動型磁力計(VSM)によって調べたところ、それぞれ表1に示すような値を示した。また、各磁気記録媒体における磁性微粒子の大きさを透過型電子顕微鏡によって実測したところ、それぞれ表1に示すような値を示した。

【0029】得られた磁気記録媒体に記録密度200kFCI(1インチ当たりの書き込みビット数)、トラック幅2 μm の条件で書き込みを行った。その後、この磁気記録媒体を大気中、60℃で1週間放置した後、再生出力の劣化を調べた。結果を表1に示す。

【0030】実施例6及び7

(磁気記録媒体の作製) Fe-9原子% Tb及びFe-33原子% Tbの合金ターゲット上に、七酸化四テルビウム(Tb₄O₇) (直径10ミリ)を42個載置した。基板としては、実施例1～6と同じ熱酸化Siウエハ(100)を使用した。この基板に60Wの高周波バイアスを印加しながら、高周波マグネトロンスパッタリングを実施し、前記基板上に厚さ50nmの薄膜を形成した。スパッタは、実施例1～5と同条件で実施した。このようにして得られた薄膜に対して、実施例1～5と同じ条件で熱処理実施し、磁気記録媒体を作製した。

【0031】(磁気記録媒体の特性評価) 得られた磁気記録媒体をEPMA(電子線プローブマイクロアナリシス)法によって分析したところ、Tb酸化物を主体とするマトリックス中に、FeとTbとからなる磁性微粒子が析出し、グラニューラー型の磁気記録媒体が作製されていることが判明した。同じく、磁気記録媒体における非磁性Tb酸化物の含有量を飽和磁気モーメントから評価したところ、50体積%であった。また、磁性微粒子中におけるTbの含有量はそれぞれ表1に示すような値を示した。さらに、各磁気記録媒体の室温に保磁力を(VSM)によって調べたところ、それぞれ表1に示すような値を示した。また、各磁気記録媒体における磁性微粒子の大きさを透過型電子顕微鏡によって実測したところ、それぞれ表1に示すような値を示した。

【0032】得られた磁気記録媒体に実施例1～5と同じ条件で書き込みを行った。その後、この磁気記録媒体

に実施例1～5と同様の恒温試験を実施して再生出力特性の劣化から、熱擾乱性の程度を評価した。結果を表1に示す。

【0033】実施例8～11

直径100mmのCoターゲット上にSiO₂チップ(直径10mm)を40個載置した。さらに4d遷移元素であるMo、Ru、Rh、及びPdのチップ(5mm角)を前記Coターゲット上に所定量配置して、磁性微粒子中のPdなどの含有量がX線光電子分光法による分析の結果、10±2原子%となるようにした。また、基板には熱酸化Si(100)ウエハを用いた。このような複合ターゲットに対して高周波マグネトロンスパッタリングを行ない、前記基板上に厚さ20±3nmの薄膜を形成した。スパッタは、実施例1～5と同じ条件で実施した。次いで、実施例1～5と同じ条件で前記薄膜に対して熱処理を実施し、磁気記録媒体を作製した。

【0034】(磁気記録媒体の特性評価) 得られた磁気記録媒体をX線光電子分光法によって分析したところ、SiO₂からなるマトリックス中に、Coと前記Mo、Ru、Rh、又はPdとからなる磁性微粒子が析出し、グラニューラー型の磁気記録媒体が作製されていることが判明した。同じく、磁気記録媒体におけるSiO₂の含有量を飽和磁気モーメントから評価したところ、65体積%であった。さらに、各磁気記録媒体の室温に保磁力を(VSM)によって調べたところ、それぞれ表1に示すような値を示した。また、各磁気記録媒体における磁性微粒子の大きさを透過型電子顕微鏡によって実測したところ、それぞれ表1に示すような値を示した。

【0035】得られた磁気記録媒体に実施例1～5と同じ条件で書き込みを行った。その後、この磁気記録媒体に実施例1～5と同様の恒温試験を実施して再生出力特性の劣化から、熱擾乱性の程度を評価した。結果を表1に示す。

【0036】比較例

直径100mmのCoターゲット上にWなどのチップ(5mm角)を載置することなく、Coのみからなる磁性微粒子を二酸化珪素マトリックス中に析出させて、グラニューラー型の磁気記録媒体を作製した。磁気記録媒体の作製条件は前記実施例と同条件にて実施した。磁気記録媒体の特性評価及び磁気記録媒体の熱擾乱性についても実施例同様に評価した。結果を表1に示す。

【0037】

【表1】

	非磁性物質の種類	非磁性物質含有量(体積%)	磁性微粒子構成元素	磁性微粒子構成元素の含有量(原子%)	保磁力Bc(Oe)	磁性微粒子の大きさ(nm)	再生出力の減少度(dB)
実施例1	SiO ₂	65	Co, W	Co: 90.0 W: 10.0	850	11±2	-1.2
実施例2	SiO ₂	65	Co, Re	Co: 90.0 Re: 10.0	620	11±2	-2.4
実施例3	SiO ₂	65	Co, Os	Co: 90.0 Os: 10.0	740	11±2	-2.0
実施例4	SiO ₂	65	Co, Ir	Co: 90.0 Ir: 10.0	750	11±2	-1.9
実施例5	SiO ₂	65	Co, Pt	Co: 90.0 Pt: 10.0	860	11±2	-1.2
実施例6	Tb ₂ O ₃	50	Fe, Tb	Fe: 91.0 Tb: 9.0	830	6±3	-1.1
実施例7	Tb ₂ O ₃	50	Fe, Tb	Fe: 67.0 Tb: 33.0	1500	8±3	-0.4
実施例8	SiO ₂	65	Co, Mo	Co: 90.0 Mo: 10.0	750	11±2	-1.8
実施例9	SiO ₂	65	Co, Ru	Co: 90.0 Ru: 10.0	700	11±2	-2.0
実施例10	SiO ₂	65	Co, Rh	Co: 90.0 Rh: 10.0	730	11±2	-1.8
実施例11	SiO ₂	65	Co, Pd	Co: 90.0 Pd: 10.0	830	11±2	-1.0
比較例	SiO ₂	65	Co	Co: 100	550	11±2	-4.9

【0038】以上、実施例1～11及び比較例から明らかのように、本発明にしたがって磁性微粒子を、CoとPdなどの4d遷移元素、Wなどの5d遷移元素、又はTbなどの希土類元素とから構成することによって、磁気記録媒体の保磁力が向上し、熱擾乱の影響を極めて小さくできることが分かる。したがって、表1に示すような大きさの磁性微粒子に対して書き込むことができ、高密度記録が可能なことが分かる。

【0039】以上、具体例を示しながら発明の実施の形態に則して本発明を説明してきたが、本発明は上記内容に限定されるものではなく、本発明の範疇を逸脱しない*

* 範囲において、あらゆる変形や変更が可能である。

20 【0040】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の磁気記録媒体では、非磁性物質中にFe、Co、Niから選ばれる少なくとも1種の元素と、4d遷移元素、5d遷移元素、及び希土類元素とから選ばれる少なくとも1種の元素とからなる磁性微粒子を析出させた、グラニュー型を呈する。したがって、本発明の磁気記録媒体は磁性微粒子を小さくした場合においても、室温において十分高い保磁力を有する。このため、熱擾乱の影響が少なく、安定な高密度記録が可能となる。

【手続補正書】

【提出日】平成11年12月7日(1999.12.7)

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】全文

【補正方法】変更

【補正内容】

【書類名】明細書

【発明の名称】磁気記録媒体及び磁気記録媒体の製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項1】 非磁性物質からなるマトリックス中に、磁性微粒子が析出してなるグラニュー型の磁気記録媒体であって、前記非磁性物質は、希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる少なくとも1種であって、前記磁性微粒子は鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる少なくとも1種の元素と、

希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とからなることを特徴とする、磁気記録媒体。

【請求項2】 前記磁性微粒子中における前記希土類元素は、セリウム(Ce)、プラセオジウム(Pr)、ネオジウム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、ユウロピウム(Eu)、ガドリニウム(Gd)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)、又はツリウム(Tm)であることを特徴とする、請求項1に記載の磁気記録媒体。

【請求項3】 前記磁性微粒子における前記希土類元素の含有量が5～75原子%であることを特徴とする、請求項1又は2に記載の磁気記録媒体。

【請求項4】 磁気記録媒体中における前記非磁性物質の含有量が5体積%以上であることを特徴とする、請求項1～3のいずれか一に記載の磁気記録媒体。

【請求項5】 磁気記録媒体中における前記非磁性物質の含有量が40～70体積%であることを特徴とする、

請求項4に記載の磁気記録媒体。

【請求項6】 室温における保磁力(Hc)が800エルステッド(Oe)以上であることを特徴とする、請求項1～5のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項7】 前記磁性微粒子の平均粒径が20nm以下であることを特徴とする、請求項1～6のいずれかに記載の磁気記録媒体。

【請求項8】 希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる少なくとも1種の非磁性物質と、鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とを含有してなる蒸発源から、物理蒸着法によって、基板上に前記非磁性物質を構成する元素と、鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる前記少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる前記少なくとも1種の元素とがランダムに配列してなる薄膜を形成した後、この薄膜を 10^{-2} torr以上の真空度において、400℃以上で熱処理を行い、前記非磁性物質からなるマトリックス中に、鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる前記少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる前記少なくとも1種の元素とからなる磁性微粒子を析出させることを特徴とする、グラニュー型磁気記録媒体の製造方法。

【請求項9】 前記蒸発源はターゲットであり、前記物理蒸着法はスパッタリング法であることを特徴とする、請求項8に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【請求項10】 前記ターゲットは、前記非磁性物質を構成する希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる前記少なくとも1種からなるチップを、鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる前記少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる前記少なくとも1種の元素とからなる合金ターゲット上に載置してなる複合ターゲットであることを特徴とする、請求項9に記載の磁気記録媒体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、磁気記録媒体及び磁気記録媒体の製造方法に関し、さらに詳しくはハードディスクなどの高記録密度媒体などに好適に使用することのできる、磁気記録媒体及び磁気記録媒体の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】情報社会の発展に伴い、高密度記録技術の開発が切望されている。特に、ビット単価が安く、不揮発かつ大容量記録の可能な磁気記録においては、高密度記録の可能な磁気記録媒体の開発が強く要求され、種々の研究開発によりここ数年で著しい高密度化が実現された。しかし、将来的に更なる進化が期待される情報化

社会において、例えば十年、二十年先の市場要求に対応できる技術的見通しは殆ど得られていない。この技術的行き詰まりの最も大きな原因の一つに、現行磁気記録媒体が抱える以下のような原理的問題がある。

【0003】現行の磁気記録媒体用薄膜は、CoCrを主体とする合金薄膜であるが、この薄膜においては磁性を担う微小領域の磁気的分離が不十分なため、磁気的に結合した比較的に大きな磁気集団(クラスター)が形成される。そのサイズはサブミクロンからミクロンオーダーにも達する。現行の磁気記録技術における最小ビットサイズがサブミクロンオーダーであり、上記磁気クラスターサイズと同程度であることを考えると、記録分解能という点では既に限界に近づいているといえることができる。現行技術のこのような限界を打破するには、記録媒体内の磁性粒子を効率よく磁気絶縁し、磁気クラスターの極小化を図る必要がある。

【0004】この問題に対する一つのブレイクスルーとして、グラニュー型磁気記録媒体が提案された。グラニュー媒体は、酸化物等の非磁性マトリックス中に磁性微粒子を析出させた構造を有し、磁性粒子間が非磁性物質の介在によりほぼ完全に磁気的に絶縁されている。したがって、個々の粒子(10～30nm程度)が最小の磁化単位となり、少なくともこの程度のサイズまで微小な高密度記録が可能となる。実際、最近の研究によれば、SiO₂非磁性マトリックス中に磁性粒子を分散析出させたグラニュー媒体において、高密度記録が可能になると、そして粗大クラスター形成の回避によるノイズの顕著な低減効果が確認されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】以上のように、グラニュー型磁気記録媒体は次世代高密度記録媒体として大変有望な候補であるが、その反面、記録状態の熱擾乱という一層深刻な問題を抱えている。一般に磁性体は、結晶格子の空間的対称性を反映した結晶磁気異方性を示す。例えば、六方最密構造を有するコバルトでは、結晶主軸(c軸)方向にスピンの向きが向いた場合がもっとも磁気的エネルギーが低く、その方向からずれるとエネルギーが高くなり、直交方向では最大となる。つまり、外場による強制がなければ、常にスピンはc軸方向の二方向のいずれかを向くことになる。このスピンの向きの二値情報を活用したものが、磁気記録の基本である。

【0006】一個の磁性粒子に着目した場合、その磁気異方性エネルギーは、物質そのものにより決まる磁気異方性定数に粒子体積を乗じたものが、全エネルギーとなる。このエネルギーが安定方向へのスピン拘束度を支配し、記録状態の保存につながるわけである。もし、磁性粒子の体積が極端に小さくなり、磁気異方性エネルギーが熱エネルギーと同程度になった場合を考えると、熱擾乱によりスピンの向き(つまり記録状態)は常に揺らいだものとなり、もはや記録状態を安定に維持できなくな

る。上記グラニュー媒体は、極微小な粒子が非磁性物によりほぼ完全に孤立化されているため、この熱擾乱が極めて深刻な問題となる。このために、グラニュー媒体では、記録情報の長期保存が困難となり、その実用化は困難視されていた。

【0007】本発明は、非磁性マトリックス中に磁性微粒子が析出して磁気的に分離されてなる、いわゆるグラニュー型の磁気記録媒体における記録状態の熱擾乱を抑制し、高密度記録が可能なグラニュー型の磁気記録媒体を提供することを目的とする。

【0008】

【課題を解決するための手段】本発明は、非磁性物質からなるマトリックス中に、磁性微粒子が析出してなるグラニュー型の磁気記録媒体であって、前記非磁性物質は、希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる少なくとも1種であって、前記磁性微粒子は鉄(Fe)、コバルト(Co)、及びニッケル(Ni)から選ばれる少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とからなることを特徴とする、磁気記録媒体である。

【0009】本発明者らは、グラニュー型の磁気記録媒体の熱擾乱を抑制して、この媒体が潜在的に有している高密度記録を達成すべく鋭意検討した。そして、広範な材料探索の過程において、以下の事実を発見した。すなわち、磁性微粒子の主成分であるFe、Co、Niに対し、希土類元素を所定量添加する。そして、グラニュー型の磁気記録媒体を構成する非磁性物質マトリックスを希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる少なくとも1種から構成する。すると、驚くべきことに磁性微粒子の熱擾乱が著しく低減されることを見いだした。本発明は広範な研究過程において発見された上記事実に基づいてなされたものである。

【0010】本発明によれば、非磁性物質からなるマトリックス中における磁性微粒子の粒子サイズを、例えば前記したような10~30nm程度以下に微細化した場合においても、以下の実施例において示すように十分大きな磁気異方性を有するため、磁性微粒子の熱擾乱による影響は極めて少ない。したがって、安定した高密度記録が可能となり、信頼性に富むいわゆるグラニュー型の磁気記録媒体の提供が可能となる。

【0011】このように安定した高密度記録のグラニュー型磁気記録媒体が得られる理由については明確ではないが、以下のように考えられる。すなわち、本発明の磁性微粒子を構成する希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素は、3d遷移元素に比べ非常に大きいスピンの軌道との相互作用を有し、同時にこれらの元素の電子状態は主たる3d遷移元素のそれと強く混成する。そして、磁気モーメントを主として発現する3d元素のスピンは、上記元素との強い混成、そしてスピン-軌道相互作用を介して結晶格子状態(原子配列)を強く感じる

ことになる。特に磁性体表面に於ては、電子配列の空間的対称性が破れるために、その効果は著しく、粒子表面には強い表面磁気異方性が現れる。

【0012】換言すれば、本発明の微粒子では3d系が磁気モーメントを主に担い、希土類系がその強いスピン-軌道相互作用により、全体の表面磁気異方性を強調する。そして、本発明においては、マトリックスをも非磁性の希土類化合物から構成しているため、上記スピン-軌道相互作用はさらに強くなり、これによって上記表面磁気異方性がさらに増大するものと推察される。

【0013】また、希土類元素は極めて反応性に富むため、非磁性物質を他の材料、例えば二酸化珪素(SiO₂)や、アルミナ(Al₂O₃)などから構成すると、この酸素が解離して磁性微粒子中の希土類元素と結合して酸化してしまう。しかしながら、本発明においては、上記非磁性物質を前述したように希土類酸化物などから構成している。したがって、希土類酸化物などを構成する酸素などは、この希土類酸化物を構成している希土類自体と強く結合するため、前記希土類酸化物から解離しなくなる。このため、磁性微粒子中における希土類元素によるスピン-軌道相互作用はさらに増大され、これによって磁気記録媒体の表面磁気異方性はさらに増大する。この結果、磁性微粒子全体の表面磁気異方性の増加により保磁力が増大し、更に、熱擾乱を生じさせることなく高密度記録が可能となったものと考えられる。

【0014】

【発明の実施の形態】以下、本発明を発明の実施の形態に則して詳細に説明する。本発明の磁気記録媒体における磁性微粒子を構成する希土類元素としては、ランタノイド系列であるランタン(La)、セリウム(Ce)、プラセオジウム(Pr)、ネオジウム(Nd)、プロメチウム(Pm)、サマリウム(Sm)、ユウロビウム(Eu)、ガドリニウム(Gd)、テルビウム(Tb)、ジスプロシウム(Dy)、ホルミウム(Ho)、エルビウム(Er)、ツリウム(Tm)、イットルビウム(Yb)及びルテチウム(Lu)の他、周期律表第3A族であるスカンジウム(Sc)及びイットリウム(Y)などを例示することができる。

【0015】前記同様に磁性微粒子の表面磁気異方性を向上させて、熱擾乱を抑制し、さらなる高密度記録を達成するためには、Ce、Pr、Nd、Pm、Sm、Eu、Gd、Tb、Dy、Ho、Er、及びTmを使用することが好ましい。

【0016】本発明の磁気記録媒体における、上記希土類元素などの含有量は、本発明の目的を達成することができれば特に限定されるものではない。しかしながら、前記磁性微粒子中における前記希土類元素の含有量の下限は5原子%であることが好ましく、さらには10原子%であることが好ましい。

【0017】前記希土類元素の含有量の下限を上記のよ

うに設定することによって、本発明の磁気記録媒体を構成する磁気微粒子の表面磁気異方性をより効果的に向上させ、常温、すなわち室温における保磁力を十分に大きくすることができる。この結果、磁性微粒子の熱擾乱の影響をほとんど無視することができるため、磁性微粒子の大きさをnmオーダーの大きさにまで小さくした場合においても、安定した記録が可能となる。

【0018】また、磁性微粒子中における、前記希土類元素の含有量の上限は75原子%であることが好ましく、さらには55原子%であることが好ましい。前記希土類元素の含有量が上記値を超えてしまうと、磁性微粒子中に占めるFe、Co、及びNiの含有量が相対的に減少してしまう結果、磁性微粒子自体の磁化が減少してしまう。この結果、磁気記録媒体に実際に書き込みを行った場合において、信号強度が減少してしまう場合がある。

【0019】本発明の磁気記録媒体中における非磁性物質の含有量についても、本発明の目的を達成することができれば特に限定されるものではない。しかしながら、非磁性の物質の磁気記録媒体中における含有量の下限は、5体積%であることが好ましく、さらには40体積%であることが好ましく、特に50体積%であることが好ましい。これによって、磁性微粒子の磁気的分離を極めて完全に行うことができ、本発明の磁気記録媒体をグラニュー型のもので行うことができる。

【0020】また、非磁性物質の磁気記録媒体中における含有量の上限は、80体積%であることが好ましく、さらには70体積%であることが好ましい。非磁性物質の含有量が上記値を超えると、磁気記録媒体中に占める磁性微粒子の含有量が減少してしまうため、グラニュー型磁気記録媒体に特有の高密度記録を行うことができなくなってしまう。

【0021】本発明の磁気記録媒体は、上述したように室温において十分大きな保磁力を有し、これによって熱擾乱を抑制することができる。熱擾乱を防止することができるれば、前記保磁力の大きさは特に限定されない。しかしながら、前記保持力の大きさが、800エルステッド(Oe)以上であることが好ましく、さらには1500エルステッド以上であることが好ましい。これによって、磁性微粒子の大きさをnmオーダーにまで小さくした場合においても、熱擾乱を効果的に抑制することができる、安定した記録再生が可能となる。

【0022】前記保磁力の値は、磁気記録媒体における磁性微粒子の粒子サイズ、及び磁性微粒子中における希土類元素の含有量、さらには磁気記録媒体を作製する際の諸条件を適宜に設定することによって達成することができる。

【0023】本発明によれば、グラニュー型の磁気記録媒体における熱擾乱を効果的に抑制することができるので、磁性微粒子を20nm以下、さらには15nm以

下、特に10nm以下にまで微細化して書き込むことができる。したがって、従来は困難とされていた高密度記録が可能となる。

【0024】磁性微粒子の大きさの制御は、磁気記録媒体を作製する際における基板温度や、成膜速度、あるいは熱処理温度及びその時間を、適宜に設定することによって行うことができる。また、磁性微粒子を構成するFeなどの含有量を非磁性物質に対して適宜に設定したりすることによっても行うことができる。一般に、磁性微粒子の大きさを小さくするためには、磁性金属元素の含有率を低くしたり、基板温度あるいは熱処理温度を低くしたりする。

【0025】本発明の磁気記録媒体の製造方法は特に限定されるものではなく、あらゆる手法を用いて形成することができる。しかしながら、膜厚制御の容易性や組成の均一性、さらには作製時間を短くすることができるという観点から、真空蒸着法、イオンプレーティング法、及びスパッタリング法などの物理蒸着法によって、基板上に厚さ2~100nmの薄膜状に形成することが好ましい。この場合においては、希土類酸化物、希土類窒化物、及び希土類炭化物から選ばれる少なくとも1種の非磁性物質と、Fe、Co、及びNiから選ばれる少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる少なくとも1種とを含有してなる蒸発源を用いる。

【0026】スパッタリング法は組成制御性や膜全体における特性が均一となるという観点から、本発明の磁気記録媒体を作製するに当たって、特に好ましく用いることができる。したがって、この場合、蒸発源としてターゲットを用いる。ターゲットとしては、Fe又はCoなどの金属ターゲット上に、希土類酸化物などの非磁性物質のチップ、並びに希土類元素などからなるチップを所定量載置した複合ターゲットや、あらかじめFeや希土類元素などが所定量に配合された合金ターゲット上に、非磁性物質のチップを載置してなる複合ターゲットを用いることができる。特に、本発明の磁気記録媒体を作製するに当たっては、後者の形態の複合ターゲットを用いることが好ましい。

【0027】そして、上記物理蒸着法によって前記元素をランダムに含有してなる薄膜を形成した後、この薄膜を好ましくは 10^{-2} torr、さらに好ましくは 10^{-4} torr以上の真空度において、好ましくは400℃以上、さらに好ましくは500℃以上で熱処理を行う。これによって、前記非磁性物質からなるマトリックス中にFeなどと希土類元素とからなる磁性微粒子が析出した、グラニュー型の磁気記録媒体を作製することができる。熱処理時間は、熱処理温度及び得ようとする磁性微粒子の大きさに依存するが、一般には5~60分行う。

【0028】

【実施例】以下、本発明を実施例に基づいて詳細に説明

する。

実施例1及び2

(磁気記録媒体の作製) Fe-9原子% Tb及びFe-33原子% Tbの合金ターゲット上に、七酸化四テルビウム(Tb₄O₇) (直径10ミリ)を42個載置した。基板としては、熱酸化Siウエハ(100)を使用した。この基板に60Wの高周波バイアスを印加しながら、高周波マグネトロンスパッタリングを実施し、前記基板上に厚さ50nmの薄膜を形成した。スパッタは、アルゴンガスを用いて行い、圧力は4mTorrに設定した。このようにして得た薄膜に対して、 1×10^{-6} Torr以下の圧力の真空中において熱処理を実施し、磁気記録媒体を作製した。なお、熱処理温度は600℃とし、処理時間は30分とした

【0029】(磁気記録媒体の特性評価) 得られた磁気記録媒体をEPMA(電子線プローブマイクロアナリシス)法によって分析したところ、Tb酸化物を主体とするマトリックス中に、FeとTbとからなる磁性微粒子が析出し、グラニューラー型の磁気記録媒体が作製されていることが判明した。同じく、磁気記録媒体における非磁性Tb酸化物の含有量を飽和磁気モーメントから評価したところ、50体積%であった。また、磁性微粒子中*

*におけるTbの含有量はそれぞれ表1に示すような値を示した。さらに、各磁気記録媒体の室温に保磁力を(VSM)によって調べたところ、それぞれ表1に示すような値を示した。また、各磁気記録媒体における磁性微粒子の大きさを透過型電子顕微鏡によって実測したところ、それぞれ表1に示すような値を示した。

【0030】得られた磁気記録媒体に記録密度200kFCI(1インチ当たりの書き込みビット数)、トラック幅2μmの条件で書き込みを行ったその後、この磁気記録媒体を大気中、60℃で1週間放置した後、再生出力の劣化を調べた。結果を表1に示す。

【0031】比較例

直径100nmのCoターゲット上にWなどのチップ(5mm角)を載置することなく、Coのみからなる磁性微粒子を二酸化珪素マトリックス中に析出させて、グラニューラー型の磁気記録媒体を作製した。磁気記録媒体の作製条件は前記実施例と同条件にて実施した。磁気記録媒体の特性評価及び磁気記録媒体の熱擾乱性についても実施例同様に評価した。結果を表1に示す。

【0032】

【表1】

	非磁性物質の種類	非磁性物質含有量(体積%)	磁性微粒子構成元素	磁性微粒子構成元素の含有量(原子%)	保磁力He(Oe)	磁性粒子の大きさ(nm)	再生出力の減少度(dB)
実施例1	Tb ₄ O ₇	50	Fe, Tb	Fe:91.0 Tb:9.0	830	6±3	-1.1
実施例2	Tb ₄ O ₇	50	Fe, Tb	Fe:67.0 Tb:33.0	1500	6±3	-0.4
比較例	SiO ₂	65	Co	Co:100	550	11±2	-4.9

【0033】以上、実施例1及び2、並びに比較例から明らかなように、本発明にしたがって磁性微粒子を、CoとTbなどの希土類元素とから構成することによって、磁気記録媒体の保磁力が向上し、熱擾乱の影響を極めて小さくできることが分かる。したがって、表1に示すような大きさの磁性微粒子に対して書き込むことができ、高密度記録が可能ながことが分かる。

【0034】以上、具体例を示しながら発明の実施の形態に則して本発明を説明してきたが、本発明は上記内容に限定されるものではなく、本発明の範疇を逸脱しない

範囲において、あらゆる変形や変更が可能である。

【0035】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の磁気記録媒体では、非磁性物質中にFe、Co、Niから選ばれる少なくとも1種の元素と、希土類元素から選ばれる少なくとも1種の元素とからなる磁性微粒子が析出した、グラニューラー型を呈する。したがって、本発明の磁気記録媒体は磁性微粒子を小さくした場合においても、室温において十分高い保磁力を有する。このため、熱擾乱の影響が少なく、安定な高密度記録が可能となる。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record.**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.